

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen:

10 2004 001 351.9

Anmeldetag:

08. Januar 2004

Anmelder/Inhaber:

Dr. Sixt GmbH, 85667 Oberpfaffenhofen/DE

Erstanmelder: Dr. Stefan Sixt,
82008 Unterhaching/DE

Bezeichnung:

Kühlhaltung von zu transportierendem gefrorenem
Gut und dafür vorgesehener Transportbehälter

IPC:

F 25 D, B 65 D, A 01 N

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 22. Dezember 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Stremme

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

A 9161
03/00
EDV-L

Anmelder: Dr. Stefan Sixt
Liebigstraße 15
D-82008 Unterhaching

Titel: Kühllhaltung von zu transportierendem gefrorenem Gut und dafür
vorgesehener Transportbehälter.

Beschreibung:

Die Erfindung bezieht sich auf die Kühllhaltung von zu transportierendem gefrorenem Gut, insbesondere von biologischen Gewebeproben oder Zellkulturen, mit einem durch Tiefkühlung verfestigten Kältemittel, das beim Phasenübergang Kälte frei setzt.

Eine altbekannte Maßnahme zum Kühllhalten eines Gutes besteht darin, das Gut in einen Isolierbehälter zu geben und so gegen Wärmezutritt zu schützen. Insbesondere bei einem Transportbehälter sind der Isolierungswandstärke und damit der Isolierwirkung jedoch Grenzen gesetzt. Es ist daher insbesondere bei längeren Aufbewahrungs- oder Transportzeiten unumgänglich, dafür zu sorgen, dass eindringende Wärme durch eine entsprechende Kälteerzeugung ausgeglichen wird, um ein schädliches Ansteigen der Temperatur oder gar ein Auftauen von gefrorenem Gut zu vermeiden.

Es ist bekannt, die zur Kompensation einströmender Wärme benötigte Kälte durch ein auf niedriger Temperatur befindliches Kältemittel zur Verfügung zu stellen, das zusätzlich zum Gut in die entsprechend überdimensionierte Isolierkammer des Transportbehälters eingefüllt wird. In diesem Falle bedarf es nicht des Aufwands einer Kühleinrichtung mit umzuwälzenden Medien. Durch Ausnutzung der Phasenumwandlung des Kältemittels beim Übergang fest \Rightarrow flüssig (Schmelzwärme), flüssig \Rightarrow

gasförmig (Verdampfungswärme) oder fest \Rightarrow gasförmig (Sublimationswärme) lässt sich für die mengenabhängige Umwandlungsdauer eine gleichbleibende Temperatur erzielen.

5 Bekannte Beispiele für derartige in Transportbehältern verwendete Kältemittel sind Eis (Wasser), Trockeneis (Kohlendioxid) und flüssiger Stickstoff. Während Eis einen zu hohen Schmelzpunkt von $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ hat, um zum Kühlhalten von Gefriergut eingesetzt zu werden, liegen die Sublimationstemperatur von verfestigtem Kohlendioxid und die Siedetemperatur von flüssigem Stickstoff wesentlich unter den üblichen Gefrier-
10 gutschutzmaßnahmen wie eine Isolierwand zwischen dem Kältemittel und dem Gut für eine richtige Temperierung getroffen werden müssen. Insbesondere aber kommt hinzu, dass hier die Umwandlung jeweils in die gasförmige Phase stattfindet, so dass vergleichsweise große Gasvolumina anfallen, die nach außen abgeleitet werden
15 müssen. Das führt in geschlossenen Räumen zu Problemen, was beispielsweise die Beförderung eines entsprechenden Transportbehälters in einem Flugzeug erschwert.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Kühlhaltung von zu transportierendem gefrorenem Gut vorzusehen, die auf einfache Weise erzielt und über eine vor-
20 bestimmte Dauer sicher aufrecht erhalten werden kann, ohne dass dabei Gase freigesetzt werden und ohne dass ein voluminöser und schwergewichtiger Transportbehälter erforderlich wird.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass als Kältemittel Quecksilber verwendet wird.
25

Verfestigtes Quecksilber hat einen Schmelzpunkt von ca. $-39\text{ }^{\circ}\text{C}$ (bei Atmosphärendruck). Diese Temperatur ist zum Kühlhalten von biologischem Material wie Gewebeproben oder Zellkulturen sehr geeignet und schließt von vornherein Schäden durch eine Unterkühlung aus. Ein weiterer Vorteil liegt darin, dass bei der Nutzung
30 von Quecksilber als Kältemittel weder Gas noch Dampf anfällt und sich praktisch keine Volumenveränderung beim Phasenübergang ergibt. Die Schmelzwärme des Quecksilbers von $11,4\text{ J/g}$ ($2,292\text{ kJ/mol}$) reicht in Verbindung mit einer hochwertigen

Isolierung (Superisolierung) von nur 5 cm Dicke aus, um mit einer Quecksilbermenge von nur 15 ml (200 g) eine Probe bis zu 7 Tagen auf der Schmelztemperatur von -39°C zu halten – gerechnet mit einer Außentemperatur von $+40^{\circ}\text{C}$. Im übrigen lassen sich die von Quecksilber bzw. Quecksilberdämpfen ausgehenden Gefahren für den Menschen durch einen geeigneten Transportbehälter so gut wie sicher ausschließen.

In diesem Zusammenhang bezieht die Erfindung sich auch auf einen Transportbehälter mit einer Kältemittel-Kühlhaltung, insbesondere für biologische Gewebeproben oder Zellkulturen, mit einem verschließbaren Innenbehälter, der wenigstens eine Kühlkammer für das gefrorene Gut enthält, mit wenigstens einer Kältemittelkammer und mit einer Isolierung, die eine den Innenbehälter aufnehmende Isolierkammer umschließt und einen Isolierschluß aufweist.

Dieser für andere Kältemittel als Quecksilber bekannte Transportbehälter ist erfindungsgemäß dadurch gekennzeichnet, dass zur Aufnahme in der Isolierkammer eine von der Kühlkammer getrennte Kältemittelkammer mit einer Einfüllöffnung vorgesehen ist, die nach dem Einfüllen des Quecksilbers dauerhaft hermetisch verschlossen ist. Dabei kann die Kältemittelkammer auch im Innenbehälter angeordnet sein.

Bei erfindungsgemäßen Transportbehälter verbleibt das Quecksilber unzugänglich im Gehäuse der Kältemittelkammer bzw. im Innenbehälter. Das nach einem Transport verflüssigte (verbrauchte) Quecksilber läßt sich durch Tiefkühlung des entnehmbaren Kältemittelbehälters oder Innenbehälters durch eine Phasen-Rückumwandlung flüssig \Rightarrow fest wieder für einen neuen Kühltransport bereiten, beispielsweise durch Eintauchen in flüssigen Stickstoff.

Zweckmäßige Ausgestaltungen und Weiterbildungen des erfindungsgemäßen Transportbehälters ergeben sich aus den Unteransprüchen. Diese sind außer auf die Vermeidung von Quecksilbergefahren auch auf eine besonders einfache Herstellung und Handhabung des Transportbehälters und auf eine Anpassung der Kühlhalteleistung an den zu bewältigenden Transportweg und damit die Kühlhaltedauer gerichtet.

Ausführungsbeispiele des erfindungsgemäßen Transportbehälters werden nachfolgend anhand einer schematischen Zeichnung näher erläutert. Es zeigen:

Figur 1 den Transportbehälter mit wesentlichen Teilen im Vertikalschnitt;

Figur 2 den Transportbehälter in einem horizontalen Querschnitt längs Linie II-II;

Figur 3 den Innenbehälter aus Figur 1 im Vertikalschnitt und im vergrößerten Maßstab;

Figur 4 einen der zwei Zusatzbehälter aus Figur 1 – gleichfalls im Vertikalschnitt und im vergrößerten Maßstab;

Figur 5 einen zum Austausch gegen einen Zusatzbehälter vorgesehenen Isolierstopfen mit entsprechenden Abmessungen in Seitenansicht;

Figur 6 einen abgeänderten Innenbehälter in einer Figur 3 entsprechenden Darstellung;

Figur 7 einen Schnitt längs Linie VII-VII in Figur 6;

Figur 8 eine Ausschnittvergrößerung mit der verschlossenen Einfüllöffnung aus Figur 6;

Figur 9 einen gegenüber Figur 4 abgeänderten Zusatzbehälter;

Figur 10 einen Innenbehälter ähnlich Figuren 3 und 6 in anderer Ausführung;

Figur 11 einen Horizontalschnitt längs Linie XI-XI in Figur 10;

Figur 12 einen Zusatzbehälter ähnlich Figuren 4 und 9 in anderer Ausführung;

Figur 13 in einer Figur 8 vergleichbaren Darstellung einen Einschleif-Stopfen;

Figur 14 den Stopfen gemäß Figur 13 nach dem Anbringen eines Überzugs;

5 Figur 15 den in die Einfüllöffnung eingebauten Stopfen mit außenseitiger Verschweißung;

Figur 16 die Anordnung gemäß Figur 15 nach einer Endbearbeitung;

10 Figur 17 den verschweißungsfrei in die Einfüllöffnung eingebauten Stopfen; und

Figur 18 die Anordnung gemäß Figur 17 nach einer Endbearbeitung.

15 Der Transportbehälter 1 gemäß Figuren 1 und 2 ist zylindrisch ausgebildet. Er umfaßt in coaxialer Anordnung einen gleichfalls zylindrischen Innenbehälter 2 sowie zwei ebenfalls zylindrische Zusatzbehälter 3, 4, die stirnseitig oberhalb bzw. unterhalb des Innenbehälters 2 in einer Isolierkammer 5 angeordnet sind. Die Isolierkammer 5 ist von einer dickwandigen becherförmigen Isolierung 6 mit einem innenseitig gestuften oberen Rand 7 gebildet, der einen entsprechend abgestuften dickwandigen

20 Isolierschluß 8 in Deckelform aufnimmt, der die Isolierkammer 5 verschließt. Die Isolierung 6 ist von einem steifen Schutzrohr 9 eng umschlossen, das an seinen beiden Enden mit jeweils einem Außengewinde versehen ist, mit dem der übergreifende Gewinderand 10 eines Schraubdeckels 11 bzw. 12 fest verschraubt ist.

25 Die Isolierung 6 und der Isolierschluß 8 bestehen aus einem hochwertigen Wärmedämmmaterial mit besonders niedrigem Wärmedurchgangswert. Dieses Wärmedämmmaterial wird wegen der hervorragenden Isolierwirkung auch als Superisolierung bezeichnet.

30 Der Innenbehälter 2 ist in Figur 3 dargestellt. Er besteht aus einem hohlen Gehäuse oder Becherteil 13 und einem mit diesem verschraubten Schraubdeckel 14. Im Becherteil 13 sind eine ebenfalls becherförmige Kältemittelkammer 15 und eine zentrale Kühlkammer 16 ausgebildet, die mittels des Schraubdeckels 14 verschlossen ist. Die

Kühlkammer 16 nimmt das kühl zu haltende und zu transportierende Gut 17 auf, im dargestellten Fall eine Probe in einem Probenbehälter 18, dessen oberes Ende durch ein Verschlussstück 19 verschlossen ist. Die Kältemittelkammer 15 ist mit Quecksilber 15' gefüllt, das tiefgekühlt im festen Zustand dargestellt ist. Um das Quecksilber 15' einfüllen zu können, ist der Becherteil 13 zentral an seinem Boden mit einer Einfüllöffnung 20 versehen, die ein Gewinde aufweist, in das ein Imbus-Schraubstopfen 21 eingeschraubt ist. Der Schraubstopfen 21 ist so bemessen und so weit in die Einfüllöffnung 20 eingeschraubt, dass eine äußere Bodenvertiefung 22 am Becherteil 13 vorhanden ist. Diese Bodenvertiefung 22 nimmt eine Schweißraupe 23 auf, die beim Zuschweißen der Einfüllöffnung 20 entsteht. Dementsprechend ist die Kältemittelkammer 15 dauerhaft hermetisch verschlossen, so dass ein Austreten von Quecksilber 15' nicht zu befürchten ist.

Der Becherteil 13 und der Schraubdeckel 14 sind aus einem Werkstoff von hoher Festigkeit hergestellt, damit Druck- und Stoßbelastungen verformungsfrei aufgenommen werden und sicher gestellt ist, dass es auch in extremen Situationen wie einem Flugzeugabsturz nicht zu einer Beschädigung und einem Austritt von Quecksilber kommt. Geeignete Werkstoffe für den Innenbehälter 2 sind z.B. Edelstahl, Titan oder Titanlegierungen ($TiAl5Sn2$), die nicht nur eine hohe Festigkeit aufweisen sondern auch vergleichsweise leicht sind, was das Transportgewicht verringert.

Die Zusatzbehälter 3 und 4 sind gemäß Figur 4 ebenfalls hohlzylindrisch mit einer Kältemittelkammer 24 jedoch ohne Kühlkammer ausgebildet. Die Kältemittelkammer 24 ist ebenfalls mit Quecksilber 24' gefüllt, und wie in Figur 3 sind die Zusatzbehälter 3, 4 jeweils bodenseitig zentral mit einer Einfüllöffnung 25, einem Schraubstopfen 26 und einer Schweißraupe 27 versehen. Die Zusatzbehälter 3, 4 können ebenfalls aus Edelstahl, Titan oder einer Titanlegierung hergestellt sein.

Figur 5 zeigt einen zylindrischen Isolierstopfen 28 in den Abmessungen der Zusatzbehälter 3, 4. Solche Isolierstopfen 28 können anstelle der Zusatzbehälter 3, 4 in die Kühlkammer 16 eingelegt werden, falls bei entsprechend kurzer Transportstrecke bzw. Transportdauer bereits das Quecksilber 15' im Innenbehälter 2 sicher ausreicht, um das Gut 17 während des Transports kühl zu halten.

Gemäß Figur 6 ist ein Innenbehälter 30 vorgesehen, der anstelle des Innenbehälters 2 verwendet werden kann. Der ebenfalls aus Edelstahl oder Titan hergestellte Innenbehälter 30 ist zylindrisch geformt und besitzt eine von seiner Oberseite ausgehende zentrale zylindrische Kühlkammer 31, die von einer ringförmigen Kältemittelkammer 32 im Wandabstand umschlossen ist. Diese Kältemittelkammer 32 endet im Wandabstand von der oberen Stirnseite und der unteren Stirnseite des Innenbehälters 30. Die Kältemittelkammer 32 ist auch hier mit Quecksilber 32' gefüllt. Zum Einbringen des Quecksilbers 32' ist in der oberen Stirnseite des Innenbehälters 30 eine sich zur Kältemittelkammer 32 leicht konisch verjüngende Einfüllöffnung 33 ausgebildet, wie insbesondere Figur 8 zeigt. Nach dem Einfüllen des Quecksilbers 32' wurde die Einfüllöffnung 33 mittels eines Stopfens 34, der ebenfalls aus Edelstahl oder Titan bestehen kann, verschlossen. Oberhalb des Stopfens 34 ist die Einfüllöffnung 33 mittels einer Schweißraupe 35 zugeschweißt.

Der konische Stopfen 34 kann sinnvollerweise mit Preßsitz eingebaut werden, indem er mit starker Unterkühlung vor dem Einbau geschrumpft wird. Wahlweise kann auch eine ringförmige Dichtung 36 aus amalgamformendem Metall wie z.B. Kupfer mit eingebaut werden. Dabei kommt es zur Amalgambildung (Hg-Cu-Legierung), und es kann evtl. auf das Zuschweißen mittels der Schweißraupe 37 verzichtet werden.

Figur 9 zeigt einen Zusatzbehälter 37, der ebenfalls aus Edelstahl oder Titan hergestellt ist. Auch dieser Zusatzbehälter 37 weist eine mit Quecksilber 38' gefüllte Kältemittelkammer 38 auf, wobei eine Figur 4 oder Figur 8 entsprechende Ausbildung für das Einfüllen und Verschließen vorgesehen ist (in Figur 9 nicht dargestellt).

Der Zusatzbehälter 37 weist an seiner oberen Stirnseite einen zentralen, kurzen Gewindezapfen 39 auf, der in eine zentrale Innengewindebohrung 40 an der Unterseite des Innenbehälters 30 paßt. Daher läßt sich der Zusatzbehälter 37 fest mit dem Innenbehälter 30 verbinden und dabei eine dichte Anlage zwischen den Behältern 30 und 37 erzielen, was einen guten Wärmeübergang gewährleistet.

Ein weiterer Zusatzbehälter 37 läßt sich in entsprechender Weise oberseitig an den Innenbehälter 30 anschließen. Dazu dient das Innengewinde 41 am oberen Rand der Kühlkammer 31. Diese ist in einer solchen axialen Länge ausgeführt, dass ein Schraubstopfen 42 zum Verschließen der Kühlkammer 31 mittels eines Imbusschlüssels soweit eingeschraubt werden kann, dass der Gewindezapfen 39 des Zusatzbehälters 37 auch noch in das obere Ende des Innengewindes 40 eingeschraubt werden kann.

Figur 10 zeigt einen anderen Innenbehälter 44, der einen zylindrischen Block 45 aus Edelstahl oder Titan umfaßt, in den von der oberen Stirnseite ausgehend eine Vielzahl von Bohrungen eingebracht sind. Im einzelnen sind gemäß Figur 11 eine zentrale Bohrung längs der Zylinderachse vorgesehen, die von einem inneren Kranz von coaxialen Bohrungen umgeben ist, den ein Außenkranz von coaxialen Bohrungen umschließt. Die zentrale Bohrung und die Bohrungen des Innenkranzes bilden Kühlkammern 46, so dass insgesamt sieben Probenbehälter 18 gemäß Figur 3 aufgenommen werden können. Die zwölf Bohrungen des Außenkranzes bilden Kältemittelkammern 47, die jeweils eine Quecksilberfüllung 47' aufweisen. An ihrem oberen Ende sind die Kältemittelkammern 47 mittels eines Stopfens 48 verschlossen, der eingeschraubt oder mittels Wärmeschrumpfung eingesetzt und mit Preßsitz gehalten sein kann.

Eine zusätzliche Sicherung gegen ein Austreten von Quecksilber 47' ist dadurch erreicht, dass ein den Außenkranz von Kältemittelkammern 46 überdeckender Deckelring 49 vorgesehen ist, der fest mit dem Zylinderblock 45 verschweißt ist, wie es Figur 10 zeigt.

Der Deckelring 49 weist ein Innengewinde 50 auf, in den ein scheibenförmiger Schraubstopfen 51 mit seinem Außengewinde 52 eingeschraubt ist, der oberseitig bündig mit dem Deckelring 49 abschließt. Der Schraubstopfen 51, der die Kühlkammern 46 abschließt, weist an seiner Oberseite zwei um 90° zueinander versetzte Paare von sich diametral gegenüberliegenden Lochbohrungen 53 zum Ansetzen eines Stiftschlüssels beim Einschrauben bzw. Ausschrauben auf. Der Deckelring 49 weist zwei einander diametral gegenüberliegende Nuten 54 auf, die zwei parallele

Abflachungen zum Ansetzen eines Schraubenschlüssels bilden, damit eine hohe Schraubkraft auf den Schraubstopfen 51 aufgebracht werden kann.

5 Gemäß Figur 12 ist auch ein Zusatzbehälter 55 in Form eines Zylinderblocks 56 vorgesehen, der ähnlich wie der Zylinderblock 45 einen Außenkranz und einen Innenkranz von Bohrungen, jedoch keine zentrale Bohrung aufweist. Hier bilden beide Kränze von Bohrungen Kältemittelkammern 57, die eine Quecksilberfüllung 57' aufnehmen. Die Kältemittelkammern 57 sind an ihren oberen Enden jeweils mittels eines Stopfens 58 verschlossen, der wie die Stopfen 48 in Figur 10 eingeschraubt oder mittels Kälteschrumpfung mit Preßsitz angebracht sein kann.

10 Der Zylinderblock 56 ist oberseitig mit einem zentralen Gewindezapfen 59 zur Verbindung mit dem Innenbehälter 44 gemäß Figur 10 versehen. Dementsprechend weist der Zylinderblock 45 unterseitig eine zentrale Gewindebohrung 60 auf. Eine entsprechende Gewindebohrung 61 ist zentral an der Oberseite des Schraubstopfens 51 vorgesehen, so dass an beide Enden des Innenbehälters 44 ein Zusatzbehälter 55 gemäß Figur 12 angeschlossen werden kann.

20 Figur 13 zeigt in einer Figur 8 entsprechenden vergrößerten Darstellung einen anderen konischen Stopfen 62 zum Verschließen der konischen Einfüllöffnung 33 jedoch noch vor dem Einsetzen. Der Stopfen 62 weist einen wellenförmigen Ansatz 63 auf, der dazu dient, den konischen Stopfen 62 zu rotieren und in die Einfüllöffnung 33 einzuschleifen. Nach diesem Einpassen des Stopfens 62 wird dieser mit einem elektrolytischen Überzug 64 aus amalgambildendem Metall versehen, wie Figur 14 zeigt.

25 Der Stopfen 62 mit dem Überzug 64 wird nunmehr in die Einfüllöffnung 33 eingebaut, zweckmäßigerweise mittels Wärmeschrumpfung so dass er mit Preßsitz in der Einfüllöffnung 33 gehalten ist. Bevorzugt kommen dafür zwei Einbauvarianten in Betracht: Gemäß Figur 15 wird der Stopfen 62 entsprechend den gewählten Abmessungen in der Einfüllöffnung 33 versenkt angeordnet, worauf ein ergänzendes Zuschweißen mittels der Schweißraupe 65 erfolgt. In einem Endbearbeitungsschritt werden dann der Stopfen 62 und die vorstehende Schweißraupe 65 mit einer glatten Bearbeitungsfläche 66 versehen, die mit der Oberfläche 68 des die Kältemittelkam-

30

mer 32 aufweisenden Gehäuses bzw. Innenbehälters 30 bündig abschließt, wie es Figur 16 zeigt.

5 Nach der Alternative gemäß Figur 17 füllt der Stopfen 62 die Einfüllöffnung 33 vollständig aus. Hier wird der überstehende Teil des Stopfens 62 und insbesondere der gesamte wellenförmige Ansatz 63 bis auf eine Bearbeitungsfläche 67 abgetragen, die gemäß Figur 18 bündig mit der Oberfläche 68 des die Kältemittelkammer 32 aufnehmenden Gehäuses bzw. Innenbehälters 30 abschließt.

10 Der Transportbehälter 1 wird eingesetzt beispielsweise um eine oder mehrere tiefgekühlte Gewebeproben von einem Ort an einen anderen Ort zu befördern, an denen jeweils stationäre Kühleinrichtungen für die Tiefkühlung vorhanden sind. Der Versandvorgang ist also ein Zwischenglied in einer Kühlkette. Die Versendung kann beispielsweise mittels Kurierdiensten erfolgen, die eine Beförderung auch an entfernte
15 Orte der Welt innerhalb vergleichsweise kurzer Zeit von 1, 2 oder 3 Tagen gewährleisten. Im einzelnen wird dabei wie folgt vorgegangen:

20 Der Versender sorgt zunächst für eine Tiefkühlung des Innenbehälters 2, 30, 44 und der Zusatzbehälter 3, 4, 37, 55 mit flüssigem Stickstoff unter vollständiger Verfestigung der Quecksilberfüllung 15', 24', 32', 38', 47', 57'. Sodann wird die in den Probenbehälter 18 eingelegte Probe 17 in die Kühlkammer 16, 31, 46 eingesetzt und diese mit dem Schraubdeckel 14 bzw. dem Schraubstopfen 42, 51 verschlossen. Nunmehr werden der Innenbehälter 2, 30, 44 und ggf. die Zusatzbehälter 3, 4, 37, 55
25 in die Isolierung 6 eingelegt, wobei im Falle des Innenbehälter 30, 44 die Zusatzbehälter 37, 55, soweit diese beispielsweise bei einem langen Transportweg für eine erhöhte Kühlkapazität benötigt werden, zunächst mit dem Innenbehälter 30, 44 fest verschraubt werden. Darauf wird der Isolierdeckel 8 aufgesetzt und wird der Schraubdeckel 11 fest aufgeschraubt, woraufhin der Transportbehälter 1 möglichst verzögerungsfrei zum Versand gebracht wird.

30 Der Empfänger öffnet den Transportbehälter 1 und entnimmt den Probenbehälter 18 mit der Probe 17 in umgekehrter Reihenfolge. Zweckmäßig wird vom Empfänger beim Öffnen des Transportbehälters 1 die Temperatur in der Isolierkammer 5 der

Isolierung 6 oder in der Kühlkammer 16, 31, 46 gemessen, die dem Schmelzpunkt von Quecksilber entsprechend bei -39°C liegen muß. Ist das nicht der Fall, so steht fest, dass die Kühlkapazität der Quecksilberfüllungen 15', 24', 32', 38', 47', 57' wegen einer massiven Überschreitung der Transportzeit nicht ausgereicht hat, so dass die Probe 17 evtl. Schaden genommen hat und dann auszusondern ist.

5

Ein gemäß vorstehenden Angaben mit einer 5 cm dicken Superisolierung versehener Transportbehälter 1 weist z.B. einen Außendurchmesser von 15 cm und eine Länge von 20 cm auf und ist somit handlich und für die Kurierversendung bestens geeignet.

10



Patentansprüche:

1. Kühlhaltung von zu transportierendem gefrorenem Gut, insbesondere von biologischen Gewebeproben oder Zellkulturen, mit einem durch Tiefkühlung verfestigten Kältemittel, das beim Phasenübergang Kälte freisetzt, **dadurch gekennzeichnet**, dass als Kältemittel Quecksilber verwendet wird.
2. Transportbehälter (1) mit einer Kältemittel-Kühlhaltung für gefrorenes Gut (17) gemäß Anspruch 1, insbesondere für gefrorene biologische Gewebeproben oder Zellkulturen, mit einem verschließbaren Innenbehälter (2, 30, 44), der wenigstens eine Kühlkammer (16, 31, 46) für das gefrorene Gut (17) enthält, mit wenigstens einer Kältemittelkammer (15, 32, 47) und mit einer Isolierung (6), die eine den Innenbehälter (2, 30, 44) aufnehmende Isolierkammer (5) umschließt und mit einem Isolierschluß (8) versehen ist, **dadurch gekennzeichnet**, dass zur Aufnahme in der Isolierkammer (5) eine von der Kühlkammer (16, 31, 46) getrennte Kältemittelkammer (15, 32, 47) mit einer Einfüllöffnung (20, 33) vorgesehen ist, die nach dem Einfüllen von Quecksilber (15', 32', 47') dauerhaft hermetisch verschlossen ist.
3. Transportbehälter nach Anspruch 2; **dadurch gekennzeichnet**, dass die Kältemittelkammer (15, 32, 47) wie die Kühlkammer (16, 31, 46) im Innenbehälter (2, 30, 44) ausgebildet ist.
4. Transportbehälter nach Anspruch 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass zur Anordnung in der Isolierkammer (5) wenigstens ein Kältemittel-Zusatzbehälter (3, 4; 37, 55) mit einer Kältemittelkammer (24, 38, 57) vorgesehen ist, der ebenfalls eine Einfüllöffnung (25, 33) aufweist, die nach dem Einfüllen von Quecksilber (24', 38', 57') dauerhaft hermetisch verschlossen ist.

5. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 2 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Innenbehälter (2, 30, 44) und/oder der Zusatzbehälter (3, 4, 37, 55) aus Edelstahl, Titan oder einer Titanlegierung bestehen.
6. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 2 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Einfüllöffnung (20, 25, 33) für das Quecksilber (15', 32', 47') zugeschweißt ist.
7. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 2 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Einfüllöffnung (33) für das Quecksilber (15', 32', 47') durch einen Stopfen (21, 34, 48, 58, 62) verschlossen ist.
8. Transportbehälter nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Stopfen (34, 48, 58, 62) mittels Wärmeschrumpfung mit Preßsitz angebracht ist.
9. Transportbehälter nach Anspruch 7 oder 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Einfüllöffnung (20, 25) innenseitig durch einen Schraubstopfen (21) verschlossen und außenseitig zugeschweißt ist.
10. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 7 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Einfüllöffnung (33) sich konisch verjüngt und durch einen konischen Stopfen (34, 62) verschlossen ist.
11. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 7 bis 10, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Stopfen (34, 62) von einer Dichtung (36) aus amalgamformendem Metall wie Kupfer, Silber oder Gold umschlossen ist.
12. Transportbehälter nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Dichtung (36) als elektrolytischer Überzug auf den Stopfen (34, 62) und/oder den Stopfensitz aufgebracht ist.

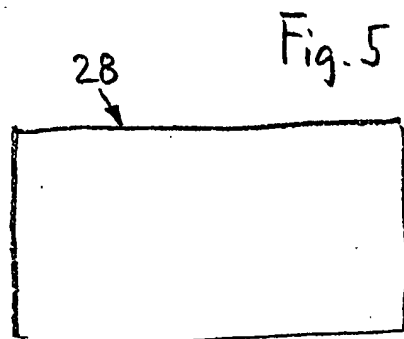
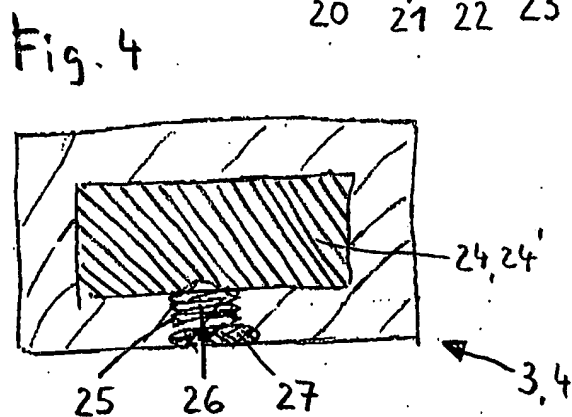
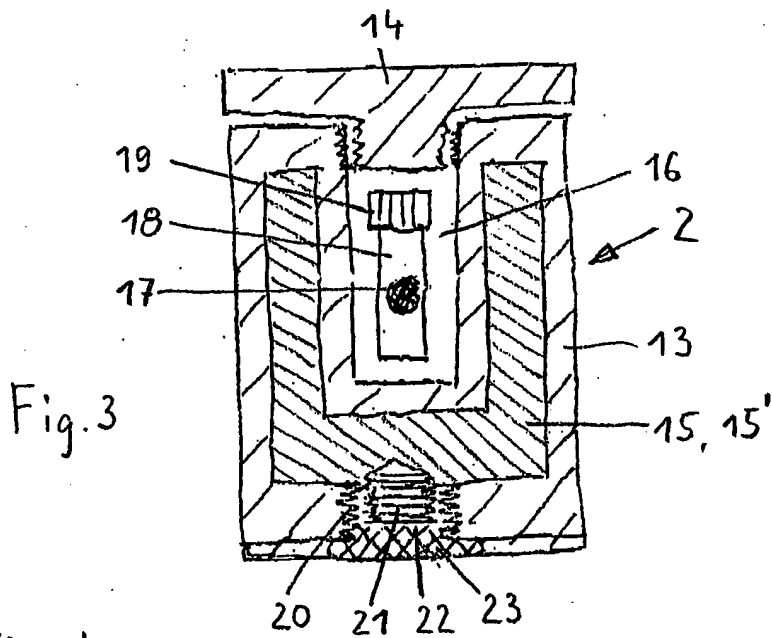
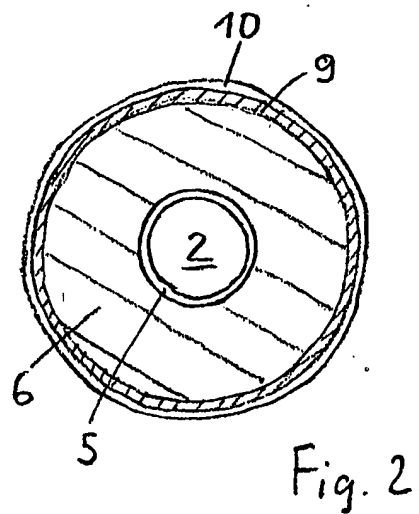
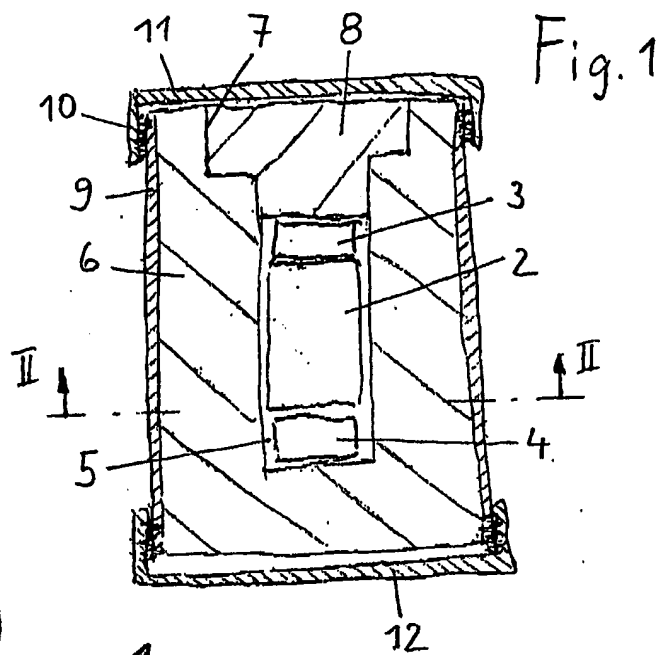
13. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 10 bis 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Stopfen (62) mit einem Drehansatz (63) vorgesehen und der Stopfen (62) durch Rotieren in die konische Einfüllöffnung (33) eingeschliffen ist.
14. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 6 bis 13, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Verschluss (62, 63) der Einfüllöffnung (33) außenseitig bis auf eine Bearbeitungsfläche (66, 67) abgetragen ist, die bündig mit der Oberfläche (68) des Gehäuses (13, 30, 45) der Kältemittelkammer (15, 32, 47) abschließt.
15. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 2 bis 14, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Innenbehälter (2, 30) einen doppelwandigen Hohlzylinder aus Innenwand und Außenwand sowie einen Boden am einen Ende und eine Ringwand am anderen Ende aufweist, wobei die Kältemittelkammer (15, 32) zwischen den beabstandeten Zylinderwänden, der Ringwand und dem Boden gebildet ist und die Kühlkammer (18, 31) zentral angeordnet und von der Innenwand und dem Boden begrenzt ist.
16. Transportbehälter nach Anspruch 15, **dadurch gekennzeichnet**, dass auch der Boden des Innenbehälters (2) doppelwandig ausgeführt und die Kältemittelkammer (15) becherförmig ist.
17. Transportbehälter nach Anspruch 15 oder 16, **dadurch gekennzeichnet**, dass die dauerhaft verschlossene Einfüllöffnung (20) für das Quecksilber (15') zentral im Boden des Innenbehälters (2) vorgesehen ist.
18. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 2 bis 14, **dadurch gekennzeichnet**, dass mehrere Kältemittelkammern (47) in Form von einzelnen axialen Bohrungen in einem Zylinderblock (45) vorgesehen sind.

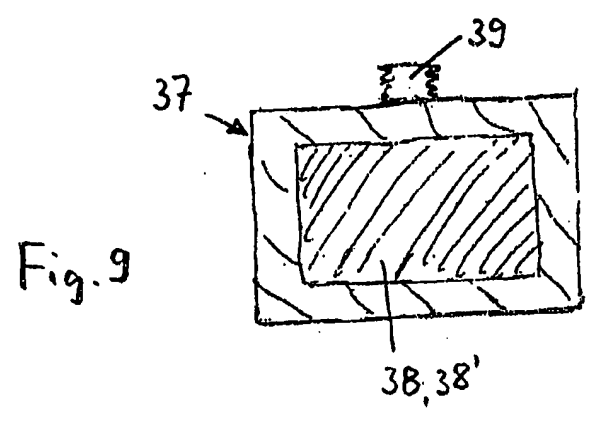
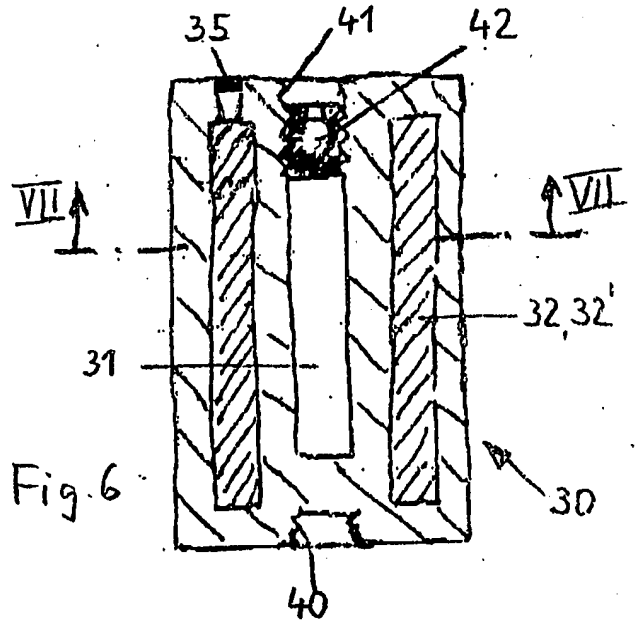
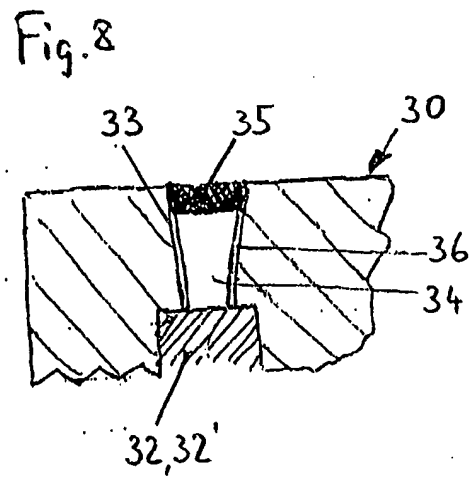
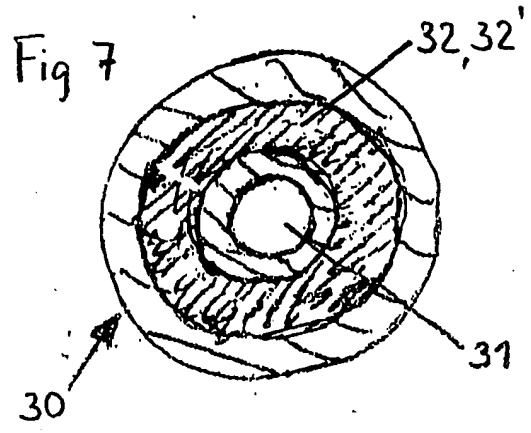
19. Transportbehälter nach Anspruch 18, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Kältemittelkammern (47) kranzförmig um wenigstens eine Kühlkammer (46) angeordnet sind, die ebenfalls als axiale Bohrung im Zylinderblock (45) ausgeführt ist, der den Innenbehälter (64) bildet.
20. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 2 bis 19, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Innenwand des Innenbehälters (2, 30, 44) ein Gewinde für einen die Kühlkammer (16, 31, 46) verschließenden Schraubdeckel (14) oder Schraubstopfen (42, 51) aufweist.
21. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 2 bis 20, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Kühlkammer (16, 31, 46) eine angepaßte Länge zur Aufnahme eines Probenbehälters (18) und je eines Zusatzbehälters (3, 4, 37, 55) oberhalb und/oder unterhalb des Probenbehälters (18) aufweist.
22. Transportbehälter nach Anspruch 21, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Zusatzbehälter (37, 55) in stirnseitig feste Anlage mit dem Innenbehälter (30, 44) verschraubbar sind, wozu sie einen zentralen Gewindezapfen (39, 59) und der Innenbehälter (30, 40) stirnseitig entsprechende Gewindebohrungen (40, 41, 60, 61) aufweisen.
23. Transportbehälter nach Anspruch 21 oder 22, **dadurch gekennzeichnet**, dass gegen die Zusatzbehälter (3, 4, 37, 55) austauschbare Isolierstopfen (28) vorgesehen sind.
24. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 2 bis 23, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Isolierung (6) becherförmig mit einer an den Innenbehälter (2, 30, 44) angepaßten zentralen Isolierkammer (5) ausgebildet ist, die mittels des Isolierschlusses (8) verschließbar ist.
25. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 2 bis 24, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Isolierung (6) von einem steifen Schutzrohr (9) umgeben ist, dessen Enden jeweils durch einen Schraubdeckel (11, 12) verschlossen sind.

Zusammenfassung:

Zur Versendung von tiefgeköhltem Gut, namentlich von biologischen Gewebeproben, ist ein Transportbehälter mit einer mantelförmigen Isolierung (Superisolierung) und einem entnehmbaren Innenbehälter 44 vorgesehen, der wenigstens eine Kältemittelkammer 47 mit einer Quecksilberfüllung 47' sowie wenigstens eine Kühlkammer 46 innerhalb der Kältemittelkammer 47 enthält. Das als Kältemittel dienende Quecksilber ist dauerhaft hermetisch in der Kältemittelkammer 47 eingeschlossen und wird vor der Versendung durch Tiefköhlung beispielsweise mittels verflüssigtem Stickstoff verfestigt. Unter langsamem Abschmelzen des Quecksilbers bei seiner Schmelztemperatur von nahezu minus 39°C wird die Kühlkammer 46 während der Versendung auf diesem Temperaturwert gehalten.

Figur 10





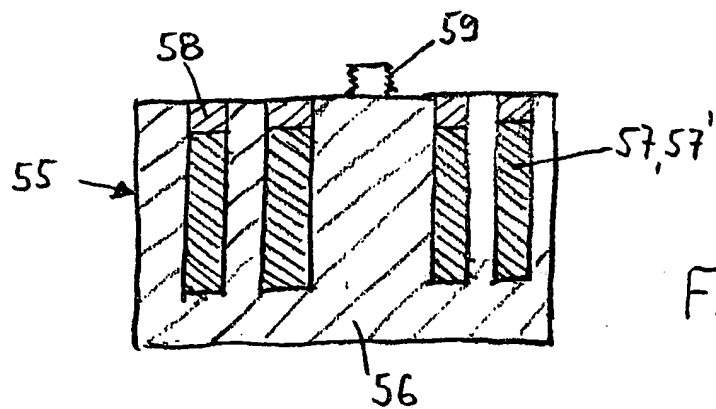
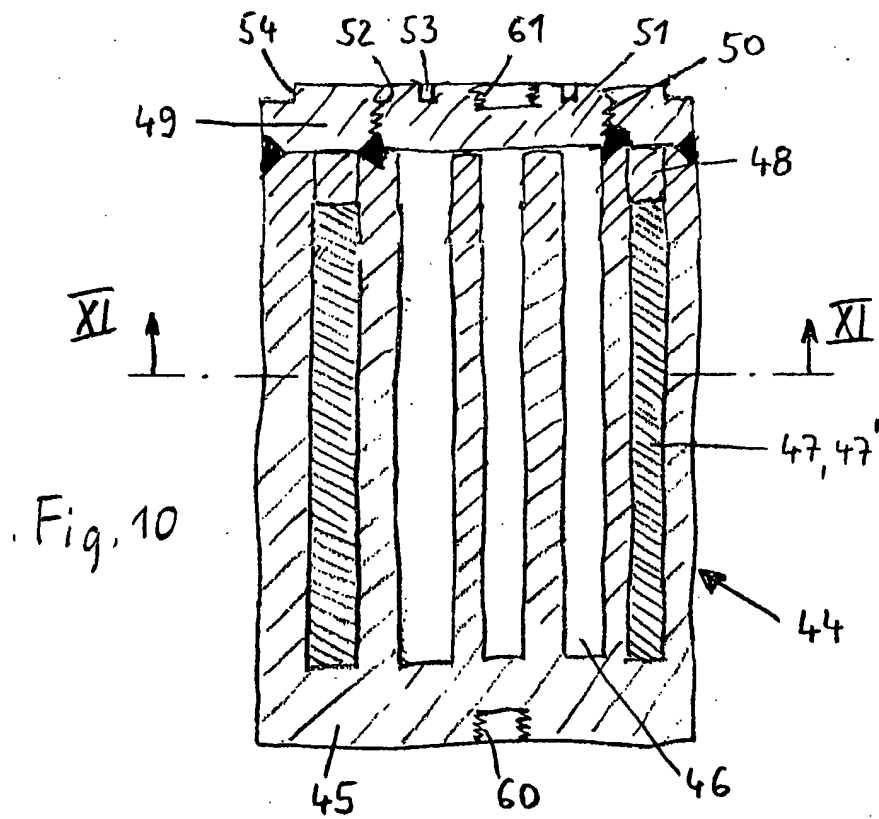
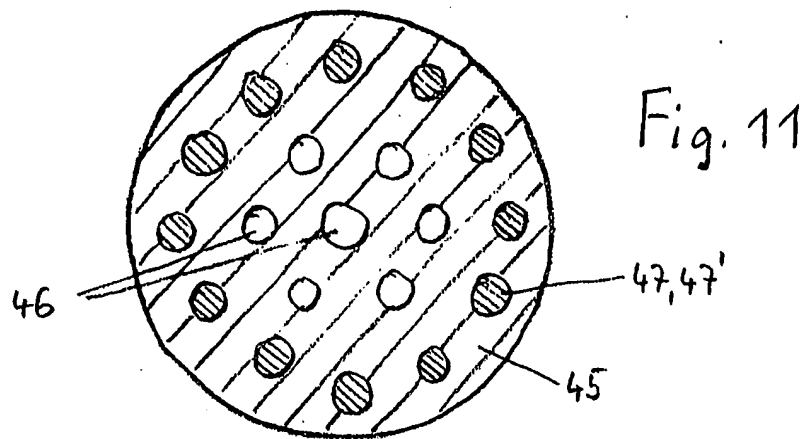


Fig. 13

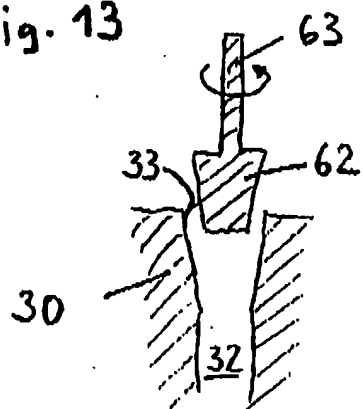


Fig. 14

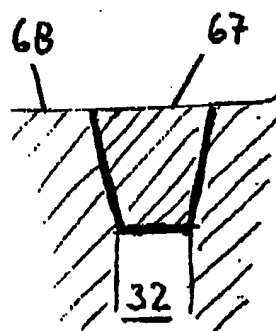
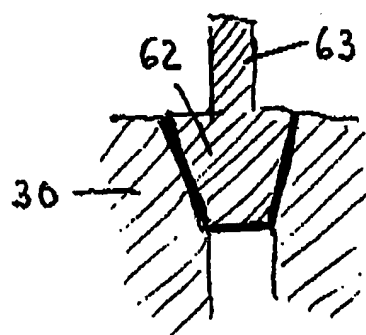
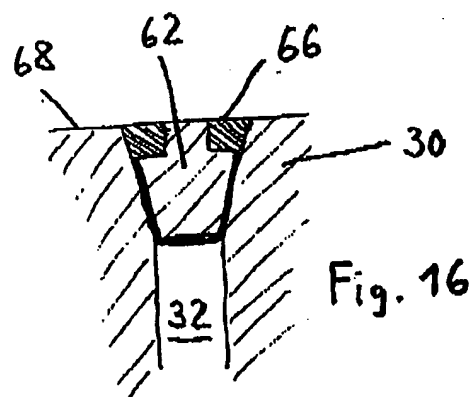
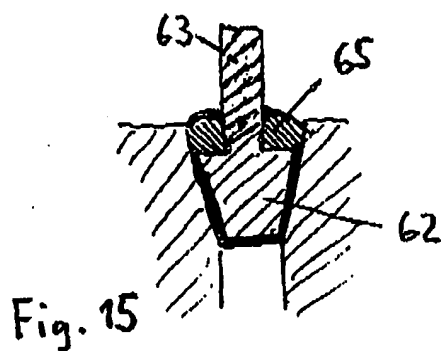
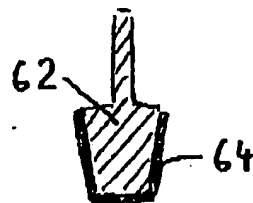


Fig. 17

Fig. 18